

(11)Publication number : **06-246511**  
(43)Date of publication of application : **06.09.1994**

(21)Application number : **05-063429** (71)Applicant : **MITSUBISHI MATERIALS CORP**  
(22)Date of filing : **26.02.1993** (72)Inventor : **KOYAMA TAKASHI**  
**FUJISAWA TAKASHI**

**CONSTITUTION:** A cutting tool is constituted by forming a hard coating layer on the surface of a silicon-nitride group ceramics have substance. The silicon- nitride group ceramics base substance contains yttrium oxide 1-15, rare earth oxide 1-15, silicon oxide 0.5-10 as combined phase forming components by weight%, and the rest is a sintered body composed of silicon nitride as dispersed phase forming components, and the theoretical density ratio of 99% or more is given. The hard coating layer is formed of a single layer of one kind or multiple layers of at least two kinds from among Ti carbide, nitride, and aluminum oxide and so on, and average layer thickness is set to 1-20 $\mu$ m. It is thus possible to prevent peeling from occurring on the hard coating layer even for high speed cutting of cast iron.

[Date of request for examination]  
[Date of sending the examiner's decision of rejection]  
[Kind of final disposal of application other than the examiner's decision of rejection or application converted registration]  
[Date of final disposal for application]  
[Patent number]  
[Date of registration]  
[Number of appeal against examiner's decision of rejection]  
[Date of requesting appeal against examiner's decision of rejection]  
[Date of extinction of right]

5/2/03 8:28 PM

**\* NOTICES \***

**Japan Patent Office is not responsible for any damages caused by the use of this translation.**

1. This document has been translated by computer. So the translation may not reflect the original precisely.
2. \*\*\*\* shows the word which can not be translated.
3. In the drawings, any words are not translated.

---

**DETAILED DESCRIPTION**

---

[Detailed Description of the Invention]

[0001]

[Industrial Application] This invention relates to the cutting tool made from surface coating nitriding silicon (Si 3N4 shows hereafter) machine ceramics excellent in the adhesion to the base front face of a hard enveloping layer.

[0002]

[Description of the Prior Art] Conventionally, generally it is indicated by JP,4-104982,A, the 2nd page, an upper case, and \*\*\*\*. aluminum 2O3, Y2 O3, MgO, AlN and HfO2, and ZrO2, TiC, TiN, B4 C, and TiB2 One sort or : [ two or more sorts of ] 0.1 - 10 % of the weight (% shows weight % hereafter) -- containing -- the remainder -- Si 3N4 from -- Si 3N4 which consisted of sintered compacts of the becoming combination composition On the front face of a machine ceramic base 4a, 5a and 6a group metal of a periodic table and the carbide of aluminum, a nitride, Surface coating Si 3N4 which comes to form the hard enveloping layer which consists of one sort of monolayers of a charcoal nitride and the oxides, or two or more sorts of double layers by 1-20-micrometer average thickness The cutting tool made from machine ceramics is known. Furthermore, it is this surface coating Si 3N4. It is also just going to be known well that the cutting tool made from machine ceramics will be used for cutting of cast iron.

[0003]

[Problem(s) to be Solved by the Invention] However, the above-mentioned conventional surface coating Si 3N4 Since the cutting tool made from machine ceramics does not have the enough adhesion to the base front face of a hard enveloping layer, when this is used for the high speed cutting of cast iron, the present condition is exfoliation occurring owing to the shortage of adhesion of a hard enveloping layer, and resulting in a use life comparatively for a short time.

[0004]

[Means for Solving the Problem] Then, it is the surface coating Si 3N4 which this invention person etc. excelled in the adhesion to the base front face of a hard enveloping layer from the above viewpoints. The result which inquired that the cutting tool made from machine ceramics should be developed, A hard enveloping layer The carbide of Ti, a nitride, a charcoal nitride, a carbonation object, a nitric oxide, And after specifying it as a charcoal nitric oxide and one sort of monolayers of the aluminum oxides (TiC, TiN, TiCN, TiCO, TiNO, TiCNO, and aluminum 2O3 show hereafter, respectively), or two or more sorts of double layers 3N4 Si ceramic base Yttrium-oxide (Y2 O3 shows hereafter):1-15%, Each of 1 - 15% and silicon-oxide (SiO2 shows hereafter):0.5-10% is contained as a binder-phase formation component, and the need is accepted further. Rare earth oxide (R2 O3 shows hereafter) : as a dispersed phase formation component (a) A zirconium oxide, a partial stabilization zirconium oxide, an oxidation hafnium, and a partial stabilization oxidation hafnium (the following -- respectively -- ZrO2 and stabilization ZrO2 --) HfO2 and stabilization HfO2 1 of sorts [ it being shown, and naming these generically and calling it a Zr-Hf oxide ], : two or more sorts of ] 1 - 15%, (b) Titanium nitride (TiN shows hereafter) : [ 1 - 10%, the above (a), and either of the (b), ] or both -- containing -- the remainder -- the same -- Si 3N4 as a dispersed phase formation component from, if constituted from a sintered compact which has the becoming combination composition and has 99% or more of theoretical density ratio Surface coating Si 3N4 of this result In the cutting tool made from machine ceramics A hard enveloping layer is Si 3N4. It sticks to the front face of a machine ceramic base very firmly. Therefore, high adhesion was required of the hard enveloping layer, for example, when it used for the high speed cutting of cast iron, there is no generating of exfoliation in a hard enveloping layer, and the research result of having continued and demonstrating the outstanding cutting-ability ability at a long period of time was obtained.

[0005] This invention is made based on the above-mentioned research result. all as a binder-phase formation component Y2 O3 : 1 - 15%, R2 O3 : 1 - 15%, SiO2 : 0.5 - 10% is contained and the need is accepted further. all as a dispersed phase formation component (a) One sort in a Zr-Hf oxide, or : [ two or more sorts of ] 1 - 15%, (b) TiN:1-10%, the above (a), and/or (b) -- containing -- the remainder -- the same -- Si 3N4 as a dispersed phase formation component It is made the sintered compact of the becoming combination composition. from -- Si 3N4 which has 99% or more of theoretical density ratio On the front face of a machine ceramic base TiC, TiN, TiCN, TiCO, TiNO, TiCNO, and aluminum 2O3 Come to form the hard enveloping layer which consists of one sort of inner monolayers, or two or more sorts of double layers by 1-20-micrometer average thickness. Surface coating Si 3N4 which has the adhesion excellent in the hard enveloping layer It has the feature in the cutting tool made from machine ceramics.

[0006] The reason which next limited combination composition of the base which constitutes this as above-mentioned in the

cutting tool of this invention is explained.

(a) Y<sub>2</sub>O<sub>3</sub>, R<sub>2</sub>O<sub>3</sub>, and SiO<sub>2</sub> -- for these components Si<sub>3</sub>N<sub>4</sub> granular during sintering in the state where it lived together It is needlelike beta-Si<sub>3</sub>N<sub>4</sub> about powder. There is an operation which makes it grow up to be a particle, and also Combine these components with a part of Si<sub>3</sub>N<sub>4</sub>, dissolve each other, and it excels in adhesion with a hard enveloping layer. And Si<sub>3</sub>N<sub>4</sub> of the shape of an above-mentioned needle The Y-R-Si-O-N system binder phase which combines a particle firmly is formed. As a result, it is above-mentioned needlelike Si<sub>3</sub>N<sub>4</sub>. A particle serves as resistance of crack propagation, and while the deficit-proof nature of a crack of a base comes to improve remarkably from the thing and bird clapper which advance the inside of a binder phase alternatively locally Since the adhesion to a hard enveloping layer is excellent, the above-mentioned binder phase is as above-mentioned above-mentioned needlelike Si<sub>3</sub>N<sub>4</sub>. Although the firm adhesion to the hard enveloping layer of a particle and the adhesion of the hard enveloping layer to \*\*\*\*\* and the above-mentioned base front face will become very firm One among the above-mentioned components of contents is also Y<sub>2</sub>O<sub>3</sub>. : Less than 1%, R<sub>2</sub>O<sub>3</sub> : Less than 1% and SiO<sub>2</sub> : If it becomes less than 0.5% Formation of the Y-R-Si-O-N system binder phase which has the above-mentioned property becomes difficult, and, on the other hand, one of contents is also Y<sub>2</sub>O<sub>3</sub>. : 15%, R<sub>2</sub>O<sub>3</sub> : 15% and SiO<sub>2</sub> : If 10% is exceeded It is the content since hardness falls and abrasion resistance comes to fall, respectively Y<sub>2</sub>O<sub>3</sub> : 1 - 15%, R<sub>2</sub>O<sub>3</sub> : 1 - 15%, and SiO<sub>2</sub> : It was determined as 0.5 - 10%.

[0007] (b) a Zr-Hf oxide -- the component of these -- a dispersed phase -- forming -- above-mentioned needlelike Si<sub>3</sub>N<sub>4</sub> Since there is an operation whose deficit-proof nature prepares the size of a particle (particle-size-regulation-izing), and comes to improve as this result, although it is made to contain if needed When the deficit-proof disposition top effect of a request of the content at less than 1% is not acquired but the content exceeds 15% on the other hand, it is granular Si<sub>3</sub>N<sub>4</sub> at the time of sintering. Since growth to a powdered needlelike particle comes to be suppressed and deficit-proof nature came to have fallen, the content was determined as 1 - 15%.

[0008] (c) Since a TiNTiN component has the operation which a dispersed phase is formed [ operation ] and raises abrasion resistance much more, although it contains if needed When the wear-resistant improvement effect of a request of the content at less than 1% is not acquired but the content exceeds 10% on the other hand, it is Si<sub>3</sub>N<sub>4</sub>. The needlelike growth effect of a particle was spoiled and the content was determined as 1 - 10% from the cause of a deficit-proof nature fall, and the bird clapper.

[0009] Since [ which is 4 ] the theoretical density ratio of a sintered compact could not secure desired high intensity to a base at less than 99%, the theoretical density ratio was determined as 99% or more. Moreover, when the abrasion resistance which the average thickness of a hard enveloping layer excelled [ micrometer / less than 1 ] in the request could not be secured but the average thickness exceeded 20 micrometers on the other hand, the average thickness was determined to the cutting edge as 1-20 micrometers from the bird clapper that it is easy to generate a deficit and a chipping (minute chip).

[0010]

[Example] Next, it is the surface coating Si<sub>3</sub>N<sub>4</sub> of this invention. An example explains the cutting tool made from machine ceramics concretely. As raw material powder, it is Si<sub>3</sub>N<sub>4</sub>. Powder and Y<sub>2</sub>O<sub>3</sub> Powder and various kinds of R<sub>2</sub>O<sub>3</sub> Powder, Y<sub>2</sub>O<sub>3</sub> R<sub>2</sub>O<sub>3</sub> Solid-solution powder and SiO<sub>2</sub> Powder and ZrO<sub>2</sub> Powder, MgO: Stabilization ZrO<sub>2</sub> of 5 mol % dissolution Powder [ZrO<sub>2</sub> (MgO) shows to a table], Y<sub>2</sub>O<sub>3</sub> : Stabilization ZrO<sub>2</sub> of 3 mol % dissolution Powder [ZrO<sub>2</sub> (Y<sub>2</sub>O<sub>3</sub>) shows similarly], CeO<sub>2</sub> : Stabilization ZrO<sub>2</sub> of 12 mol % dissolution Powder [this ZrO<sub>2</sub> (CeO<sub>2</sub>) shows], HfO<sub>2</sub> Powder and stabilization HfO<sub>2</sub> of MgO:2 mol % dissolution Powder [this HfO<sub>2</sub> (MgO) shows], the stabilization HfO<sub>2</sub> powder (J shown by this HfO<sub>2</sub> (CaO) --) of CaO:8 mol % dissolution Y<sub>2</sub>O<sub>3</sub> : Stabilization HfO<sub>2</sub> of 4 mol % dissolution Powder [this HfO<sub>2</sub> (Y<sub>2</sub>O<sub>3</sub>) shows], And prepare TiN powder and these raw material powder is blended with the combination composition shown in Tables 1-3. 1.5 ton/cm<sup>2</sup> after carrying out wet blending for 24 hours and drying with a ball mill Press forming is carried out to a green compact by the pressure. Primary sintering on the conditions of 1 - 4-hour maintenance at this green compact in the inside of the nitrogen atmosphere of one to 20 atmospheric pressure, and temperature of 1700-1900 degrees C, Secondary sintering on the conditions of maintenance is performed to the temperature of 1750-1900 degrees C among the nitrogen atmosphere of further one to 2000 atmospheric pressure for 1 to 4 hours. Si<sub>3</sub>N<sub>4</sub> which has the theoretical density ratio similarly shown in Tables 1-3, and had which [ SNGN120408 ] configuration Machine ceramic base A-V and a-e are formed. Barrel processing for 10 minutes is performed to this with a centrifugal fluid type barrel-finishing machine by underwater [ which added the surface active agent of 5 capacity % ], using the fused-alumina chip of the shape of a nugget of diameter:5mmphi as media. The hard enveloping layer of the composition shown in Tables 4-6 on condition that usual and average thickness is succeedingly formed in the front face of these bases using usual chemical-vacuum-deposition equipment. The cutting tools 1-22 made from the Si<sub>3</sub>N<sub>4</sub> this invention surface coating Si ceramics (henceforth this invention covering cutting tool), and conventional surface coating Si<sub>3</sub>N<sub>4</sub> The cutting tools 1-5 made from machine ceramics (henceforth the conventional covering cutting tool) were manufactured, respectively.

[0011] In addition, the above Si<sub>3</sub>N<sub>4</sub> which constitutes the covering cutting tools 1-5 conventionally [ above-mentioned ] Machine ceramic base a-e is Si<sub>3</sub>N<sub>4</sub> which constitutes this invention covering cutting tool in a covering cutting tool conventionally which is indicated by above-mentioned JP,4-104982,A. It has the composition which chose suitably the constituent which is common in a machine ceramic base, and blended it.

[0012]

[Table 1]

| 種別 | 配合組成 (重量%)  |  |         |   |     | 組成比<br>(%) |
|----|---|--|---------|---|-----|------------|
|    | $Y_2O_3$  | $R_2O_3$   | $SiO_2$ | Zr-Hf酸化物  | TiN | $Si_3N_4$  |
| A  | 4   | $La_2O_3 : 2$                                      | 0.5     | -   | -   | 残          |
| B  | 10  | $CeO_2 : 2$  | 10      | -   | -   | 残          |
| C  | 1   | $CeO_2 : 2, La_2O_3 : 2, Nd_2O_3 : 2, Pr_2O_3 : 2$ | 2       | -   | -   | 残          |
| D  | 5   | $Sm_2O_3 : 47\% \text{ 含有の } (Yb, Sm)_2O_3 : 5$    | 3.5     | -   | -   | 残          |
| E  | $Y_2O_3 : 4, Y_2O_3 : 37\% \text{ 含有の } (Er, Y)_2O_3 : 5$ |  | 5       | -   | -   | 残          |
| F  | $Y_2O_3 : 36\% \text{ 含有の } (Yb, Y)_2O_3 : 4, CeO_2 : 4$  |  | 8       | -   | -   | 残          |
| G  | 1   | $La_2O_3 : 10$                                     | 2       | $ZrO_2 : 5$                                     | -   | 残          |
| H  | 10  | $Yb_2O_3 : 5$                                      | 4       | $ZrO_2 (Y_2O_3) : 10$                           | -   | 残          |
| I  | 3   | $Er_2O_3$  | 4       | $ZrO_2 : 1, ZrO_2 (MgO) : 1, ZrO_2 (CeO_2) : 1$ | -   | 残          |

[0013]  
[Table 2]

| 種別 | 配合組成 (質量%) |                                  |         |   |               | 相対密度 (%) |
|----|------------|----------------------------------|---------|---|---------------|----------|
|    | $Y_2O_3$   | $R_2O_3$                         | $SiO_2$ | Zr・Hf酸化物  | TiN $Si_3N_4$ |          |
| J  | 6          | $Sm_2O_3$ : 5                    | 3       | $HfO_2$ : 15  | —             | 99.4     |
| K  | 10         | $Dy_2O_3$ : 2                    | 1       | $HfO_2$ (CaO) : 10  | —             | 99.6     |
| L  | 2          | $Yb_2O_3$ : 10,<br>$Er_2O_3$ : 5 | 3       | $HfO_2$ (MgO) : 3,<br>$HfO_2$ ( $Y_2O_3$ ) : 8              | —             | 99.8     |
| M  | 10         | $CaO$ : 5                        | 5       | $ZrO_2$ : 2, $HfO_2$ (CaO) : 2,<br>$HfO_2$ ( $Y_2O_3$ ) : 2 | —             | 99.5     |
| N  | 5          | $Er_2O_3$ : 6                    | 2       | $ZrO_2$ ( $Y_2O_3$ ) : 2, $HfO_2$ : 2,<br>$HfO_2$ (MgO) : 2 | —             | 99.4     |
| O  | 1          | $Yb_2O_3$ : 15                   | 3       | —   | 1             | 99.7     |
| P  | 5          | $Nd_2O_3$ : 3                    | 5       | —   | 5             | 99.8     |
| Q  | 3          | $La_2O_3$ : 3, $Yb_2O_3$ : 3     | 3       | —   | 10            | 99.6     |
| R  | 5          | $Yb_2O_3$ : 10                   | 3       | $ZrO_2$ : 3   | 5             | 99.4     |

セ  
ラ  
ミ  
ク  
ス  
基  
体

[0014]

[Table 3]

| 配合組成 (質量%) | $SiO_2$ | Zr・Hf酸化物                              | TiN $Si_3N_4$ | 相対密度 (%) |
|------------|---------|---------------------------------------|---------------|----------|
|            |         |                                       |               |          |
|            | 3       | $ZrO_2$ ( $Y_2O_3$ ) : 3              | 10            | 99.7     |
|            | 3       | $HfO_2$ : 15                          | 3             | 99.5     |
|            | 1       | $ZrO_2$ : 5                           | 10            | 99.7     |
| : 3        | 2       | $ZrO_2$ : 2, $ZrO_2$ ( $Y_2O_3$ ) : 2 | 5             | 99.4     |
|            | —       | $ZrO_2$ : 15                          | —             | 99.1     |
|            | —       | $ZrO_2$ ( $Y_2O_3$ ) : 10             | —             | 99.0     |
|            | —       | $HfO_2$ : 15                          | —             | 99.1     |
|            | —       | $ZrO_2$ : 10                          | 10            | 99.2     |
|            | —       | $ZrO_2$ : ( $Y_2O_3$ ) : 10           | 5             | 99.1     |

| 項目 | 単位 | 値    |
|----|----|------|
| 1  | mm | 0.25 |
| 2  | mm | 0.29 |
| 3  | mm | 0.24 |
| 4  | mm | 0.22 |
| 5  | mm | 0.27 |
| 6  | mm | 0.24 |
| 7  | mm | 0.22 |
| 8  | mm | 0.29 |
| 9  | mm | 0.24 |

[0015]

Table 4)

| 種別 | 基体記号 | 被覆層         |                                       |                                       |              |     | 透け面厚耗幅<br>(mm) |
|----|------|-------------|---------------------------------------|---------------------------------------|--------------|-----|----------------|
|    |      | 第1層         | 第2層                                   | 第3層                                   | 第4層          | 第5層 |                |
| 1  | A    | TiN<br>(2)  | Al <sub>2</sub> O <sub>3</sub><br>(3) | -                                     | -            | -   | 0.25           |
| 2  | B    | TiCN<br>(1) | Al <sub>2</sub> O <sub>3</sub><br>(3) | TiN<br>(1)                            | -            | -   | 0.26           |
| 3  | C    | TiN<br>(1)  | TiC<br>(6)                            | TiN<br>(2)                            | -            | -   | 0.22           |
| 4  | D    | TiN<br>(3)  | Al <sub>2</sub> O <sub>3</sub><br>(3) | TiN<br>(0.5)                          | -            | -   | 0.25           |
| 5  | E    | TiCN<br>(1) | Al <sub>2</sub> O <sub>3</sub><br>(3) | TiN<br>(0.5)                          | -            | -   | 0.26           |
| 6  | F    | TiCN<br>(1) | Al <sub>2</sub> O <sub>3</sub><br>(3) | TiN<br>(0.5)                          | -            | -   | 0.27           |
| 7  | G    | TiCN<br>(1) | TiC<br>(1)                            | Al <sub>2</sub> O <sub>3</sub><br>(3) | TiN<br>(0.5) | -   | 0.24           |
| 8  | H    | TiN<br>(1)  | Al <sub>2</sub> O <sub>3</sub><br>(2) | TiN<br>(1)                            | -            | -   | 0.28           |
| 9  | I    | TiCN<br>(1) | Al <sub>2</sub> O <sub>3</sub><br>(2) | TiN<br>(1)                            | -            | -   | 0.27           |

(表中、括弧内数字は平均層厚を示す)

[0016]

Table 5)

| 透け面厚耗幅<br>(mm) |
|----------------|
| 0.25           |
| 0.29           |
| 0.24           |
| 0.22           |
| 0.27           |
| 0.24           |
| 0.22           |
| 0.29           |
| 0.24           |

示す)

| 種 別 | 塗膜記号 | 膜 質 被 覆 層     |   |                                       |                                       |              |
|-----|------|---------------|---|---------------------------------------|---------------------------------------|--------------|
|     |      | 第 1 層         | 第 2 層                                   | 第 3 層                                 | 第 4 層                                 | 第 5 層        |
| 10  | J    | TiCN<br>(1)   | Al <sub>2</sub> O <sub>3</sub><br>(2)   | TiN<br>(1)                            | -                                     | -            |
| 11  | K    | TiCN<br>(0.5) | Al <sub>2</sub> O <sub>3</sub><br>(3)   | -                                     | -                                     | -            |
| 12  | L    | TiCN<br>(1)   | TiN<br>(1)                              | Al <sub>2</sub> O <sub>3</sub><br>(3) | TiN<br>(1)                            | -            |
| 13  | M    | TiN<br>(0.5)  | TiCN<br>(1)                             | TiN<br>(0.5)                          | Al <sub>2</sub> O <sub>3</sub><br>(3) | TiN<br>(0.5) |
| 14  | N    | TiCN<br>(5)   | Al <sub>2</sub> O <sub>3</sub><br>(3)   | -                                     | -                                     | -            |
| 15  | O    | TiN<br>(1)    | Al <sub>2</sub> O <sub>3</sub><br>(3)   | -                                     | -                                     | -            |
| 16  | P    | TiCN<br>(5)   | Al <sub>2</sub> O <sub>3</sub><br>(10)  | TiN<br>(5)                            | -                                     | -            |
| 17  | Q    | TiCN<br>(0.5) | Al <sub>2</sub> O <sub>3</sub><br>(0.5) | -                                     | -                                     | -            |
| 18  | R    | TiN<br>(0.5)  | Al <sub>2</sub> O <sub>3</sub><br>(2)   | TiN<br>(1)                            | -                                     | -            |

(表中、括弧内数字は平均膜厚を)

[0017]  
[Table 6]

| 種別 | 基体記号 | 硬質被覆層         |                                       |                                       |                                       |              | 逃げ面摩耗量<br>(mm) |
|----|------|---------------|---------------------------------------|---------------------------------------|---------------------------------------|--------------|----------------|
|    |      | 第1層           | 第2層                                   | 第3層                                   | 第4層                                   | 第5層          |                |
| 19 | S    | TiN<br>(2)    | Al <sub>2</sub> O <sub>3</sub><br>(3) | TiN<br>(1)                            | -                                     | -            | 0.25           |
| 20 | T    | TiCN<br>(2)   | Al <sub>2</sub> O <sub>3</sub><br>(3) | TiN<br>(1)                            | -                                     | -            | 0.24           |
| 21 | U    | TiCN<br>(0.5) | Al <sub>2</sub> O <sub>3</sub><br>(3) | TiN<br>(1)                            | -                                     | -            | 0.26           |
| 22 | V    | TiCN<br>(1)   | Al <sub>2</sub> O <sub>3</sub><br>(2) | TiN<br>(1)                            | -                                     | -            | 0.25           |
| 1  | a    | TiN<br>(0.5)  | Al <sub>2</sub> O <sub>3</sub><br>(2) | TiN<br>(1)                            | -                                     | -            | 8分で剥離のため寿命     |
| 2  | b    | TiN<br>(0.5)  | TiCN<br>(1)                           | TiN<br>(0.5)                          | Al <sub>2</sub> O <sub>3</sub><br>(2) | TiN<br>(0.5) | 8分で剥離のため寿命     |
| 3  | c    | TiCN<br>(1)   | TiN<br>(1)                            | Al <sub>2</sub> O <sub>3</sub><br>(3) | TiN<br>(1)                            | -            | 8分で剥離のため寿命     |
| 4  | d    | TiCN<br>(1)   | Al <sub>2</sub> O <sub>3</sub><br>(3) | TiN<br>(1)                            | -                                     | -            | 8分で剥離のため寿命     |
| 5  | e    | TiCN<br>(1)   | Al <sub>2</sub> O <sub>3</sub><br>(3) | TiN<br>(1)                            | -                                     | -            | 8分で剥離のため寿命     |

(表中、括弧内数字は平均層厚を示す)

[0018] subsequently -- various kinds of covering cutting tools obtained as a result -- \*-ed material -- the round bar of :FC30, and cutting-speed:300 m/min -- sending -- :0.32mm/rev. -- it cut deeply, the dry type continuation high-speed-cutting examination of cast iron was performed on the conditions for :2mm, and time:10 minutes, the width of flank wear land of a cutting edge was measured, and it was shown in Tables 4-6

[0019]

[Effect of the Invention] The result shown in Tables 1-6 to this invention covering cutting tools 1-22, It is clear that all high speed cutting of the cast iron with which high adhesion is required of a hard enveloping layer does not have generating of exfoliation in a hard enveloping layer, either, exfoliation generates all in a hard enveloping layer in the high speed cutting of cast iron to the outstanding abrasion resistance being shown since the covering cutting tools 1-5 have the conventionally inadequate adhesion to the base of a hard enveloping layer, and this results in a use life comparatively for a short time owing to. As mentioned above, surface coating Si 3N4 of this invention The cutting tool made from machine ceramics is Si 3N4 of a hard enveloping layer. Since it excels in the adhesion to a machine ceramic base front face, adhesion high to a hard enveloping layer not to mention cutting on the usual conditions is required, for example, without exfoliation also generating the high speed cutting of cast iron in a hard enveloping layer, remarkably, it continues and the outstanding cutting-ability ability is demonstrated at a long period of time.

[Translation done.]



\* NOTICES \*

**Japan Patent Office is not responsible for any damages caused by the use of this translation.**

1. This document has been translated by computer. So the translation may not reflect the original precisely.
2. \*\*\*\* shows the word which can not be translated.
3. In the drawings, any words are not translated.

---

CLAIMS

---

[Claim(s)]

[Claim 1] By weight %, as a binder-phase formation component, all Yttrium-oxide: 1-15%, Rare earth oxide : Contain 1 - 15%, and silicon-oxide: 0.5-10%, and it is made the sintered compact of combination composition with which the remainder consists of a nitriding silicon as a dispersed phase formation component. On the front face of the nitriding silicon machine ceramic base which has 99% or more of theoretical density ratio The carbide, the nitride, the charcoal nitride, the carbonation object, nitric oxide, and charcoal nitric oxide of Ti, And the cutting tool made from surface coating nitriding silicon machine ceramics which has the adhesion excellent in the hard enveloping layer which comes to form the hard enveloping layer which consists of one sort of monolayers of the aluminum oxides, or two or more sorts of double layers by 1-20-micrometer average thickness.

[Claim 2] By weight %, each contains yttrium-oxide: 1-15%, rare earth oxide: 1-15%, and silicon-oxide: 0.5-10% as a binder-phase formation component. as a dispersed phase formation component A zirconium oxide, a partial stabilization zirconium oxide, an oxidation hafnium, And contain one sort in a partial stabilization oxidation hafnium, or : [ two or more sorts of ] 1 - 15%, and it is made the sintered compact of combination composition with which the remainder similarly consists of a nitriding silicon as a dispersed phase formation component. On the front face of the nitriding silicon machine ceramic base which has 99% or more of theoretical density ratio The carbide, the nitride, the charcoal nitride, the carbonation object, nitric oxide, and charcoal nitric oxide of Ti, And the cutting tool made from surface coating nitriding silicon machine ceramics which has the adhesion excellent in the hard enveloping layer which comes to form the hard enveloping layer which consists of one sort of monolayers of the aluminum oxides, or two or more sorts of double layers by 1-20-micrometer average thickness.

[Claim 3] By weight %, each contains yttrium-oxide: 1-15%, rare earth oxide: 1-15%, and silicon-oxide: 0.5-10% as a binder-phase formation component. as a dispersed phase formation component Titanium nitride : Contain 1 - 10% and it is made the sintered compact of combination composition with which the remainder similarly consists of a nitriding silicon as a dispersed phase formation component. On the front face of the nitriding silicon machine ceramic base which has 99% or more of theoretical density ratio The carbide, the nitride, the charcoal nitride, the carbonation object, nitric oxide, and charcoal nitric oxide of Ti, And the cutting tool made from surface coating nitriding silicon machine ceramics which has the adhesion excellent in the hard enveloping layer which comes to form the hard enveloping layer which consists of one sort of monolayers of the aluminum oxides, or two or more sorts of double layers by 1-20-micrometer average thickness.

[Claim 4] By weight %, each contains yttrium-oxide: 1-15%, rare earth oxide: 1-15%, and silicon-oxide: 0.5-10% as a binder-phase formation component. all as a dispersed phase formation component A zirconium oxide, a partial stabilization zirconium oxide, an oxidation hafnium, And one sort in a partial stabilization oxidation hafnium or : [ two or more sorts of ] 1 - 15%, a titanium nitride : Contain 1 - 10% and it is made the sintered compact of combination composition with which the remainder similarly consists of a nitriding silicon as a dispersed phase formation component. On the front face of the nitriding silicon machine ceramic base which has 99% or more of theoretical density ratio The carbide, the nitride, the charcoal nitride, the carbonation object, nitric oxide, and charcoal nitric oxide of Ti, And the cutting tool made from surface coating nitriding silicon machine ceramics which has the adhesion excellent in the hard enveloping layer which comes to form the hard enveloping layer which consists of one sort of monolayers of the aluminum oxides, or two or more sorts of double layers by 1-20-micrometer average thickness.

---

[Translation done.]

**CUTTING TOOL MADE OF SURFACE COATING SILICON-NITRIDE GROUP CERAMICS WITH HARD COATING LAYER HAVING HIGH ADHESION**

Patent Number: JP6246511  
Publication date: 1994-09-06  
Inventor(s): KOYAMA TAKASHI; others: 01  
Applicant(s): MITSUBISHI MATERIALS CORP  
Requested Patent: ☐ JP6246511  
Application JP19930063429 19930226  
Priority Number(s):  
IPC Classification: B23B27/14 ; B23P15/28 ; C04B35/58 ; C23C16/30  
EC Classification:  
Equivalents:

---

**Abstract**

---

**PURPOSE:** To improve adhesion and cutting efficiency by forming a hard coating layer made of Ti carbide and so forth with a specific average layer thickness on the surface of a silicon-nitride group ceramics base substance whose theoretical density ratio of a sintered body made of respective forming components of respectively specified combined phase and dispersed phase is specified.

**CONSTITUTION:** A cutting tool is constituted by forming a hard coating layer on the surface of a silicon-nitride group ceramics base substance. The silicon-nitride group ceramics base substance contains yttrium oxide 1-15, rare earth oxide 1-15, silicon oxide 0.5-10 as combined phase forming components by weight%, and the rest is a sintered body composed of silicon nitride as dispersed phase forming components, and the theoretical density ratio of 99% or more is given. The hard coating layer is formed of a single layer of one kind or multiple layers of at least two kinds from among Ti carbide, nitride, and aluminum oxide and so on, and average layer thickness is set to 1-20µm. It is thus possible to prevent peeling from occurring on the hard coating layer even for high speed cutting of cast iron.

---

Data supplied from the esp@cenet database - I2

(19)日本国特許庁 (J P)

(12) 公 開 特 許 公 報 (A)

(11)特許出願公開番号

特開平6-246511

(43)公開日 平成 6 年(1994) 9 月 6 日

| (51)Int.Cl. <sup>5</sup> | 識別記号  | 庁内整理番号  | F I | 技術表示箇所 |
|--------------------------|-------|---------|-----|--------|
| B 2 3 B 27/14            | A     | 9326-3C |     |        |
| B 2 3 P 15/28            | A     | 7632-3C |     |        |
| C 0 4 B 35/58            | 1 0 2 |         |     |        |
| C 2 3 C 16/30            |       | 7325-4K |     |        |

審査請求 未請求 請求項の数 4 F D (全 10 頁)

|          |                       |         |   |
|----------|-----------------------|---------|---|
| (21)出願番号 | 特願平5-63429            | (71)出願人 | 000006264<br>三菱マテリアル株式会社<br>東京都千代田区大手町 1 丁目 5 番 1 号 |
| (22)出願日  | 平成 5 年(1993) 2 月 26 日 | (72)発明者 | 小山 孝<br>埼玉県大宮市北袋町 1-297 三菱マテリ<br>アル株式会社中央研究所内       |
|          |                       | (72)発明者 | 藤沢 隆史<br>埼玉県大宮市北袋町 1-297 三菱マテリ<br>アル株式会社中央研究所内      |
|          |                       | (74)代理人 | 弁理士 富田 和夫 (外 1 名)                                   |

(54)【発明の名称】 硬質被覆層がすぐれた密着性を有する表面被覆窒化けい素基セラミックス製切削工具

(57)【要約】

【目的】 硬質被覆層の基体表面に対する密着性のすぐれた表面被覆  $\text{Si}_3\text{N}_4$  基セラミックス製切削工具を提供する。

【構成】 表面被覆  $\text{Si}_3\text{N}_4$  基セラミックス製切削工具が、重量%で、いずれも結合相形成成分として、 $\text{Y}_2\text{O}_3$  : 1~15%、 $\text{R}_2\text{O}_3$  : 1~15%、および  $\text{SiO}_2$  : 0.5~10% を含有し、さらに必要に応じていずれも分散相形成成分として  $\text{ZrO}_2$ 、安定化  $\text{ZrO}_2$ 、 $\text{HfO}_2$ 、および安定化  $\text{HfO}_2$  のうちの 1 種以上 : 1~15% と、 $\text{TiN}$  : 1~10% のいずれか、または両方を含有し、残りが分散相形成成分としての  $\text{Si}_3\text{N}_4$  からなる配合組成の焼結体にして、99%以上の理論密度比を有する  $\text{Si}_3\text{N}_4$  基セラミックス基体の表面に、硬質被覆層を 1~20  $\mu\text{m}$  の平均層厚形成したもののからなる。

## 【特許請求の範囲】

【請求項1】 重量%で、いずれも結合相形成成分として、

酸化イットリウム：1～15%、

希土類酸化物：1～15%、

酸化シリコン：0.5～10%、

を含有し、残りが分散相形成成分としての窒化けい素からなる配合組成の焼結体にして、99%以上の理論密度比を有する窒化けい素セラミックス基体の表面に、Tiの炭化物、窒化物、炭窒化物、炭酸化物、窒酸化物、および炭窒酸化物、並びに酸化アルミニウムのうちの1種の単層または2種以上の複層からなる硬質被覆層を1～20μmの平均層厚で形成してなる、硬質被覆層がすぐれた密着性を有する表面被覆窒化けい素セラミックス製切削工具。

【請求項2】 重量%で、いずれも結合相形成成分として、

酸化イットリウム：1～15%、

希土類酸化物：1～15%、

酸化シリコン：0.5～10%、

を含有し、分散相形成成分として、

酸化ジルコニウム、部分安定化酸化ジルコニウム、酸化ハフニウム、および部分安定化酸化ハフニウムのうちの1種または2種以上：1～15%、

を含有し、残りが同じく分散相形成成分としての窒化けい素からなる配合組成の焼結体にして、99%以上の理論密度比を有する窒化けい素セラミックス基体の表面に、Tiの炭化物、窒化物、炭窒化物、炭酸化物、窒酸化物、および炭窒酸化物、並びに酸化アルミニウムのうちの1種の単層または2種以上の複層からなる硬質被覆層を1～20μmの平均層厚で形成してなる、硬質被覆層がすぐれた密着性を有する表面被覆窒化けい素セラミックス製切削工具。

【請求項3】 重量%で、いずれも結合相形成成分として、

酸化イットリウム：1～15%、

希土類酸化物：1～15%、

酸化シリコン：0.5～10%、

を含有し、分散相形成成分として、

窒化チタン：1～10%、

を含有し、残りが同じく分散相形成成分としての窒化けい素からなる配合組成の焼結体にして、99%以上の理論密度比を有する窒化けい素セラミックス基体の表面に、Tiの炭化物、窒化物、炭窒化物、炭酸化物、窒酸化物、および炭窒酸化物、並びに酸化アルミニウムのうちの1種の単層または2種以上の複層からなる硬質被覆層を1～20μmの平均層厚で形成してなる、硬質被覆層がすぐれた密着性を有する表面被覆窒化けい素セラミックス製切削工具。

【請求項4】 重量%で、いずれも結合相形成成分とし

て、

酸化イットリウム：1～15%、

希土類酸化物：1～15%、

酸化シリコン：0.5～10%、

を含有し、いずれも分散相形成成分として、

酸化ジルコニウム、部分安定化酸化ジルコニウム、酸化ハフニウム、および部分安定化酸化ハフニウムのうちの1種または2種以上：1～15%、

窒化チタン：1～10%、

を含有し、残りが同じく分散相形成成分としての窒化けい素からなる配合組成の焼結体にして、99%以上の理論密度比を有する窒化けい素セラミックス基体の表面に、Tiの炭化物、窒化物、炭窒化物、炭酸化物、窒酸化物、および炭窒酸化物、並びに酸化アルミニウムのうちの1種の単層または2種以上の複層からなる硬質被覆層を1～20μmの平均層厚で形成してなる、硬質被覆層がすぐれた密着性を有する表面被覆窒化けい素セラミックス製切削工具。

## 【発明の詳細な説明】

## 20 【0001】

【産業上の利用分野】この発明は、硬質被覆層の基体表面に対する密着性にすぐれた表面被覆窒化けい素（以下、 $\text{Si}_3\text{N}_4$ で示す）基セラミックス製切削工具に関するものである。

## 【0002】

【従来の技術】従来、一般に、例えば特開平4-104982号公報、第2頁、上段、左欄に記載されるように、 $\text{Al}_2\text{O}_3$ 、 $\text{Y}_2\text{O}_3$ 、 $\text{MgO}$ 、 $\text{AlN}$ 、 $\text{HfO}_2$ 、 $\text{ZrO}_2$ 、 $\text{TiC}$ 、 $\text{TiN}$ 、 $\text{B}_4\text{C}$ 、およびTiB<sub>2</sub>のうちの1種または2種以上：0.1～10重量%（以下、%は重量%を示す）を含有し、残りが $\text{Si}_3\text{N}_4$ からなる配合組成の焼結体で構成された $\text{Si}_3\text{N}_4$ 基セラミックス基体の表面に、周期律表の4a、5a、および6a族金属およびAlの炭化物、窒化物、炭窒化物、および酸化物のうちの1種の単層または2種以上の複層からなる硬質被覆層を1～20μmの平均層厚で形成してなる表面被覆 $\text{Si}_3\text{N}_4$ 基セラミックス製切削工具が知られており、さらにこの表面被覆 $\text{Si}_3\text{N}_4$ 基セラミックス製切削工具が、例えば鋳鉄の切削に用いられることも良く知られるところである。

40

## 【0003】

【発明が解決しようとする課題】しかし、上記の従来表面被覆 $\text{Si}_3\text{N}_4$ 基セラミックス製切削工具は、硬質被覆層の基体表面に対する密着性が十分でないために、これを例えば鋳鉄の高速切削に用いると、硬質被覆層の密着性不足が原因で剥離が発生し、比較的短時間で使用寿命に至るのが現状である。

## 【0004】

【課題を解決するための手段】そこで、本発明者等は、上述のような観点から、硬質被覆層の基体表面に対する

50

密着性のすぐれた表面被覆  $\text{Si}_3\text{N}_4$  基セラミックス製切削工具を開発すべく研究を行なった結果、硬質被覆層を、 $\text{Ti}$  の炭化物、窒化物、炭窒化物、炭酸化物、窒酸化物、および炭窒酸化物、並びに酸化アルミニウム（以下、それぞれ  $\text{TiC}$ 、 $\text{TiN}$ 、 $\text{TiCN}$ 、 $\text{TiCO}$ 、 $\text{TiNO}$ 、 $\text{TiCNO}$ 、および  $\text{Al}_2\text{O}_3$  で示す）のうちの1種の単層または2種以上の複層に特定した上で、 $\text{Si}_3\text{N}_4$  基セラミックス基体を、酸化イットリウム（以下、 $\text{Y}_2\text{O}_3$  で示す）：1～15%、希土類酸化物（以下、 $\text{R}_2\text{O}_3$  で示す）：1～15%、酸化シリコン（以下、 $\text{SiO}_2$  で示す）：0.5～10%、をいずれも結合相形成成分として含有し、さらに必要に応じて分散相形成成分として、（a）酸化ジルコニウム、部分安定化酸化ジルコニウム、酸化ハフニウム、および部分安定化酸化ハフニウム（以下、それぞれ  $\text{ZrO}_2$ 、安定化  $\text{ZrO}_2$ 、 $\text{HfO}_2$ 、および安定化  $\text{HfO}_2$  で示し、かつこれらを総称して  $\text{Zr} \cdot \text{Hf}$  酸化物という）のうちの1種または2種以上：1～15%、（b）窒化チタン（以下、 $\text{TiN}$  で示す）：1～10%、上記（a）および（b）のいずれか、または両方を含有し、残りが同じく分散相形成成分としての  $\text{Si}_3\text{N}_4$  からなる配合組成を有し、かつ99%以上の理論密度比を有する焼結体で構成すると、この結果の表面被覆  $\text{Si}_3\text{N}_4$  基セラミックス製切削工具においては、硬質被覆層が  $\text{Si}_3\text{N}_4$  基セラミックス基体の表面にきわめて強固に密着し、したがって硬質被覆層に高い密着性が要求される、例えば鋳鉄の高速切削に用いた場合にも硬質被覆層に剥離の発生なく、すぐれた切削性能を長期に亘って発揮するという研究結果を得たのである。

【0005】この発明は、上記の研究結果にもとづいてなされたものであって、いずれも結合相形成成分として、 $\text{Y}_2\text{O}_3$ ：1～15%、 $\text{R}_2\text{O}_3$ ：1～15%、 $\text{SiO}_2$ ：0.5～10%、を含有し、さらに必要に応じて、いずれも分散相形成成分として、（a） $\text{Zr} \cdot \text{Hf}$  酸化物のうちの1種または2種以上：1～15%、（b） $\text{TiN}$ ：1～10%、上記（a）および/または（b）を含有し、残りが同じく分散相形成成分としての  $\text{Si}_3\text{N}_4$  からなる配合組成の焼結体にして、99%以上の理論密度比を有する  $\text{Si}_3\text{N}_4$  基セラミックス基体の表面に、 $\text{TiC}$ 、 $\text{TiN}$ 、 $\text{TiCN}$ 、 $\text{TiCO}$ 、 $\text{TiNO}$ 、 $\text{TiCNO}$ 、および  $\text{Al}_2\text{O}_3$  のうちの1種の単層または2種以上の複層からなる硬質被覆層を1～20  $\mu\text{m}$  の平均層厚で形成してなる、硬質被覆層がすぐれた密着性を有する表面被覆  $\text{Si}_3\text{N}_4$  基セラミックス製切削工具に特徴を有するものである。

【0006】つぎに、この発明の切削工具において、これを構成する基体の配合組成を上記の通りに限定した理由を説明する。

（a） $\text{Y}_2\text{O}_3$ 、 $\text{R}_2\text{O}_3$ 、および  $\text{SiO}_2$   
これらの成分には、共存した状態で焼結中に粒状の  $\text{Si}$

$\text{Si}_3\text{N}_4$  粉末を針状の  $\beta\text{-Si}_3\text{N}_4$  粒子に成長させる作用があるほか、これら成分は一部の  $\text{Si}_3\text{N}_4$  と結合し、固溶し合って、硬質被覆層との密着性にすぐれ、かつ上記針状の  $\text{Si}_3\text{N}_4$  粒子とも強固に結合する  $\text{Y-R-Si-O-N}$  系結合相を形成し、この結果上記針状  $\text{Si}_3\text{N}_4$  粒子が亀裂伝播の抵抗となり、亀裂は結合相中を選択的局部的に進行するに過ぎないものとなることから、基体の耐欠損性が著しく向上するようになると共に、上記の通り上記結合相は硬質被覆層に対する密着性のすぐれたものであるから、上記針状  $\text{Si}_3\text{N}_4$  粒子の硬質被覆層に対する強固な密着性と合まって、上記基体表面に対する硬質被覆層の密着性はきわめて強固なものとなるが、上記成分のうち、いずれかの含有量でも  $\text{Y}_2\text{O}_3$ ：1%未満、 $\text{R}_2\text{O}_3$ ：1%未満、および  $\text{SiO}_2$ ：0.5%未満になると、上記特性を有する  $\text{Y-R-Si-O-N}$  系結合相の形成が困難となり、一方いずれかの含有量でも  $\text{Y}_2\text{O}_3$ ：15%、 $\text{R}_2\text{O}_3$ ：15%、および  $\text{SiO}_2$ ：10%を越えると、硬さが低下し、耐摩耗性が低下するようになることから、その含有量を、それぞれ  $\text{Y}_2\text{O}_3$ ：1～15%、 $\text{R}_2\text{O}_3$ ：1～15%、および  $\text{SiO}_2$ ：0.5～10%と定めた。

【0007】（b） $\text{Zr} \cdot \text{Hf}$  酸化物

これらの成分には、分散相を形成して、上記針状  $\text{Si}_3\text{N}_4$  粒子の大きさを整え（整粒化）、この結果として耐欠損性が向上するようになる作用があるので、必要に応じて含有させるが、その含有量が1%未満では所望の耐欠損性向上効果が得られず、一方その含有量が15%を越えると、焼結時の粒状  $\text{Si}_3\text{N}_4$  粉末の針状粒子への成長が抑制されるようになり、耐欠損性が低下することから、その含有量を1～15%と定めた。

【0008】（c） $\text{TiN}$

$\text{TiN}$  成分には、分散相を形成して耐摩耗性を一段と向上させる作用があるので、必要に応じて含有されるが、その含有量が1%未満では所望の耐摩耗性向上効果が得られず、一方その含有量が10%を越えると、 $\text{Si}_3\text{N}_4$  粒子の針状成長効果が損なわれ、耐欠損性低下の原因となることから、その含有量を1～10%と定めた。

【0009】

4

なお、焼結体の理論密度比が99%未満では基体に所望の高強度を確保することができないことから、その理論密度比を99%以上と定めた。また、硬質被覆層の平均層厚が1  $\mu\text{m}$  未満では所望のすぐれた耐摩耗性を確保することができず、一方その平均層厚が20  $\mu\text{m}$  を越えると、切刃に欠損やチッピング（微小欠け）が発生し易くなることから、その平均層厚を1～20  $\mu\text{m}$  と定めた。

【0010】

【実施例】つぎに、この発明の表面被覆  $\text{Si}_3\text{N}_4$  基セラミックス製切削工具を実施例により具体的に説明する。原料粉末として、 $\text{Si}_3\text{N}_4$  粉末、 $\text{Y}_2\text{O}_3$  粉末、

各種の $R_2O_3$ 粉末、 $Y_2O_3$ と $R_2O_3$ の固溶体粉末、 $SiO_2$ 粉末、 $ZrO_2$ 粉末、 $MgO$ :5モル%固溶の安定化 $ZrO_2$ 粉末〔表には $ZrO_2(MgO)$ で示す〕、 $Y_2O_3$ :3モル%固溶の安定化 $ZrO_2$ 粉末〔同様に $ZrO_2(Y_2O_3)$ で示す〕、 $CeO_2$ :12モル%固溶の安定化 $ZrO_2$ 粉末〔同 $ZrO_2(CeO_2)$ で示す〕、 $HfO_2$ 粉末、 $MgO$ :2モル%固溶の安定化 $HfO_2$ 粉末〔同 $HfO_2(MgO)$ で示す〕、 $CaO$ :8モル%固溶の安定化 $HfO_2$ 粉末〔同 $HfO_2(CaO)$ で示す〕、 $Y_2O_3$ :4モル%固溶の安定化 $HfO_2$ 粉末〔同 $HfO_2(Y_2O_3)$ で示す〕、および $TiN$ 粉末を用意し、これら原料粉末を表1〜3に示される配合組成に配合し、ボールミルで24時間湿式混合し、乾燥した後、 $1.5\text{ ton/cm}^2$ の圧力で圧粉体にプレス成形し、この圧粉体に、1〜20気圧の窒素雰囲気中、 $1700\sim 1900^\circ\text{C}$ の温度に1〜4時間保持の条件での1次焼結、さらに1〜2000気圧の窒素雰囲気中、 $1750\sim 1900^\circ\text{C}$ の温度に1〜4時間保持の条件での2次焼結を施して、同じく表1〜3に示される理論密度比を有し、かついずれもSNGN1

20408の形状をもった $Si_3N_4$ 基セラミックス基体A〜Vおよびa〜eを形成し、これに遠心流動式パレル研摩機にて、5容量%の表面活性剤を加えた水中でメディアとして直径:5mmφのナゲット状の熔融アルミナチップを用いて10分間のパレル処理を施し、引続いてこれら基体の表面に、通常の化学蒸着装置を用い、通常の条件で表4〜6に示される組成および平均層厚の硬質被覆層を形成することにより本発明表面被覆 $Si_3N_4$ 基セラミックス製切削工具(以下、本発明被覆切削工具という)1〜22および従来表面被覆 $Si_3N_4$ 基セラミックス製切削工具(以下、従来被覆切削工具という)1〜5をそれぞれ製造した。

【0011】なお、上記従来被覆切削工具1〜5を構成する上記 $Si_3N_4$ 基セラミックス基体a〜eは、上記の特開平4-104982号公報に記載される従来被覆切削工具において、本発明被覆切削工具を構成する $Si_3N_4$ 基セラミックス基体と共通する構成成分を適宜選択して配合した組成をもつものである。

【0012】

【表1】

| 種別 | 配合組成 (重量%)  |  |         |   |     | 理論組成比 (%) |      |
|----|---|--|---------|---|-----|-----------|------|
|    | $Y_2O_3$  | $R_2O_3$   | $SiO_2$ | Zr-Hf酸化物  | TiN | $Si_3N_4$ |      |
| A  | 4   | $La_2O_3 : 2$                                      | 0.5     | -   | -   | 残         | 99.6 |
| B  | 10  | $CeO_2 : 2$  | 10      | -   | -   | 残         | 99.8 |
| C  | 1   | $CeO_2 : 2, La_2O_3 : 2, Nd_2O_3 : 2, Pr_2O_3 : 2$ | 2       | -   | -   | 残         | 99.5 |
| D  | 5   | $Sm_2O_3 : 47\% \text{ 含有の } (Yb, Sm)_2O_3 : 5$    | 3.5     | -   | -   | 残         | 99.6 |
| E  | $Y_2O_3 : 4, Y_2O_3 : 37\% \text{ 含有の } (Er, Y)_2O_3 : 5$ |  | 5       | -   | -   | 残         | 99.9 |
| F  | $Y_2O_3 : 36\% \text{ 含有の } (Yb, Y)_2O_3 : 4, CeO_2 : 4$  |  | 3       | -   | -   | 残         | 99.7 |
| G  | 1   | $La_2O_3 : 10$                                     | 2       | $ZrO_2 : 5$                                     | -   | 残         | 99.4 |
| H  | 10  | $Yb_2O_3 : 5$                                      | 4       | $ZrO_2 (Y_2O_3) : 10$                           | -   | 残         | 99.3 |
| I  | 3   | $Er_2O_3$  | 4       | $ZrO_2 : 1, ZrO_2 (MgO) : 1, ZrO_2 (CeO_2) : 1$ | -   | 残         | 99.5 |

セラミックス基体

【0013】

【表2】

| 種別 | 配合組成 (重量%) |                                  |         |   |                  | 理論<br>密度比<br>(%) |
|----|------------|----------------------------------|---------|---|------------------|------------------|
|    | $Y_2O_3$   | $R_2O_3$                         | $SiO_2$ | Zr-Hf酸化物  | TiN<br>$Si_3N_4$ |                  |
| J  | 5          | $Sm_2O_3 : 5$                    | 3       | $HfO_2 : 15$  | -                | 99.4             |
| K  | 10         | $Dy_2O_3 : 2$                    | 1       | $HfO_2 (CaO) : 10$                                    | -                | 99.6             |
| L  | 2          | $Yb_2O_3 : 10,$<br>$Er_2O_3 : 5$ | 3       | $HfO_2 (MgO) : 3,$<br>$HfO_2 (Y_2O_3) : 3$            | -                | 99.8             |
| M  | 10         | $CeO_2 : 5$                      | 5       | $ZrO_2 : 2, HfO_2 (CaO) : 2,$<br>$HfO_2 (Y_2O_3) : 2$ | -                | 99.5             |
| N  | 5          | $Er_2O_3 : 5$                    | 2       | $ZrO_2 (Y_2O_3) : 2, HfO_2 : 2,$<br>$HfO_2 (MgO) : 2$ | -                | 99.4             |
| O  | 1          | $Yb_2O_3 : 15$                   | 3       | -   | 1                | 99.7             |
| P  | 5          | $Nd_2O_3 : 3$                    | 5       | -   | 5                | 99.8             |
| Q  | 3          | $La_2O_3 : 3, Yb_2O_3 : 3$       | 3       | -   | 10               | 99.6             |
| R  | 5          | $Yb_2O_3 : 10$                   | 3       | $ZrO_2 : 3$   | 5                | 99.4             |

セラミックス基体

【0014】

【表3】



| 種別 | 配合組成 (重量%)                    |  |                  |  |     | 相<br>密度比<br>(%)                |
|----|-------------------------------|--|------------------|--|-----|--------------------------------|
|    | Y <sub>2</sub> O <sub>3</sub> | R <sub>1</sub> O <sub>3</sub>  | SiO <sub>2</sub> | Zr-Hf酸化物   | TiN | Si <sub>3</sub> N <sub>4</sub> |
| S  | 3                             | Er <sub>2</sub> O <sub>3</sub> :10.<br>Yb <sub>2</sub> O <sub>3</sub> :5 | 3                | ZrO <sub>2</sub> (Y <sub>2</sub> O <sub>3</sub> ):3                      | 10  | 残                              |
| T  | 7                             | Dy <sub>2</sub> O <sub>3</sub> :5  | 3                | HfO <sub>2</sub> :15   | 3   | 残                              |
| U  | 5                             | Yb <sub>2</sub> O <sub>3</sub> :5  | 1                | ZrO <sub>2</sub> :5  | 10  | 残                              |
| V  | 5                             | Sm <sub>2</sub> O <sub>3</sub> :3, Dy <sub>2</sub> O <sub>3</sub> :3     | 2                | ZrO <sub>2</sub> :2, ZrO <sub>2</sub> (Y <sub>2</sub> O <sub>3</sub> ):2 | 5   | 残                              |
| a  | 15                            | -  | -                | ZrO <sub>2</sub> :15   | -   | 残                              |
| b  | 10                            | -  | -                | ZrO <sub>2</sub> (Y <sub>2</sub> O <sub>3</sub> ):10                     | -   | 残                              |
| c  | 15                            | -  | -                | HfO <sub>2</sub> :15   | -   | 残                              |
| d  | 10                            | -  | -                | ZrO <sub>2</sub> :10   | 10  | 残                              |
| e  | 15                            | -  | -                | ZrO <sub>2</sub> (Y <sub>2</sub> O <sub>3</sub> ):10                     | 5   | 残                              |

セラミックス基体

【0015】

【表4】

| 種 別 | 基 体 記 号 | 硬 質 被 覆 層   |                                       |                                       |              |       | 逃げ面摩耗率<br>(%) |
|-----|---------|-------------|---------------------------------------|---------------------------------------|--------------|-------|---------------|
|     |         | 第 1 層       | 第 2 層                                 | 第 3 層                                 | 第 4 層        | 第 5 層 |               |
| 1   | A       | TiN<br>(2)  | Al <sub>2</sub> O <sub>3</sub><br>(3) | -                                     | -            | -     | 0.25          |
| 2   | B       | TiCN<br>(1) | Al <sub>2</sub> O <sub>3</sub><br>(3) | TiN<br>(1)                            | -            | -     | 0.26          |
| 3   | C       | TiN<br>(1)  | TiC<br>(6)                            | TiN<br>(2)                            | -            | -     | 0.22          |
| 4   | D       | TiN<br>(3)  | Al <sub>2</sub> O <sub>3</sub><br>(3) | TiN<br>(0.5)                          | -            | -     | 0.25          |
| 5   | E       | TiCN<br>(1) | Al <sub>2</sub> O <sub>3</sub><br>(3) | TiN<br>(0.5)                          | -            | -     | 0.26          |
| 6   | F       | TiCN<br>(1) | Al <sub>2</sub> O <sub>3</sub><br>(3) | TiN<br>(0.5)                          | -            | -     | 0.27          |
| 7   | G       | TiCN<br>(1) | TiC<br>(1)                            | Al <sub>2</sub> O <sub>3</sub><br>(3) | TiN<br>(0.5) | -     | 0.24          |
| 8   | H       | TiN<br>(1)  | Al <sub>2</sub> O <sub>3</sub><br>(2) | TiN<br>(1)                            | -            | -     | 0.28          |
| 9   | I       | TiCN<br>(1) | Al <sub>2</sub> O <sub>3</sub><br>(2) | TiN<br>(1)                            | -            | -     | 0.27          |

本 発 明 被 覆 層 切 削 工 具

(表中、括弧内数字は平均層厚を示す)

| 種 別 | 基 体 記 号 | 硬 質 被 覆 層     |   |                                       |                                       |              | 逃げ面摩耗幅<br>(mm) |
|-----|---------|---------------|---|---------------------------------------|---------------------------------------|--------------|----------------|
|     |         | 第 1 層         | 第 2 層                                   | 第 3 層                                 | 第 4 層                                 | 第 5 層        |                |
| 10  | J       | TiCN<br>(1)   | Al <sub>2</sub> O <sub>3</sub><br>(2)   | TiN<br>(1)                            | -                                     | -            | 0.25           |
| 11  | K       | TiCN<br>(0.5) | Al <sub>2</sub> O <sub>3</sub><br>(3)   | -                                     | -                                     | -            | 0.29           |
| 12  | L       | TiCN<br>(1)   | TiN<br>(1)                              | Al <sub>2</sub> O <sub>3</sub><br>(3) | TiN<br>(1)                            | -            | 0.24           |
| 13  | M       | TiN<br>(0.5)  | TiCN<br>(1)                             | TiN<br>(0.5)                          | Al <sub>2</sub> O <sub>3</sub><br>(3) | TiN<br>(0.5) | 0.23           |
| 14  | N       | TiCN<br>(5)   | Al <sub>2</sub> O <sub>3</sub><br>(3)   | -                                     | -                                     | -            | 0.27           |
| 15  | O       | TiN<br>(1)    | Al <sub>2</sub> O <sub>3</sub><br>(3)   | -                                     | -                                     | -            | 0.24           |
| 16  | P       | TiCN<br>(5)   | Al <sub>2</sub> O <sub>3</sub><br>(10)  | TiN<br>(5)                            | -                                     | -            | 0.22           |
| 17  | Q       | TiCN<br>(0.5) | Al <sub>2</sub> O <sub>3</sub><br>(0.5) | -                                     | -                                     | -            | 0.29           |
| 18  | R       | TiN<br>(0.5)  | Al <sub>2</sub> O <sub>3</sub><br>(2)   | TiN<br>(1)                            | -                                     | -            | 0.24           |

※ (表中、括弧内数字は平均層厚を示す)

【0017】

【表6】

| 種 別               | 基体記号 | 硬 質 被 覆 層     |                                       |                                       |                                       |              | 逃げ面摩耗幅<br>( $\mu\text{m}$ ) |
|-------------------|------|---------------|---------------------------------------|---------------------------------------|---------------------------------------|--------------|-----------------------------|
|                   |      | 第 1 層         | 第 2 層                                 | 第 3 層                                 | 第 4 層                                 | 第 5 層        |                             |
| 本 発 明 被 覆 切 削 工 具 | 19   | TiN<br>(2)    | Al <sub>2</sub> O <sub>3</sub><br>(3) | TiN<br>(1)                            | -                                     | -            | 0.25                        |
|                   | 20   | TiCN<br>(2)   | Al <sub>2</sub> O <sub>3</sub><br>(3) | TiN<br>(1)                            | -                                     | -            | 0.24                        |
|                   | 21   | TiCN<br>(0.5) | Al <sub>2</sub> O <sub>3</sub><br>(3) | TiN<br>(1)                            | -                                     | -            | 0.26                        |
|                   | 22   | TiCN<br>(1)   | Al <sub>2</sub> O <sub>3</sub><br>(2) | TiN<br>(1)                            | -                                     | -            | 0.25                        |
| 従 来 被 覆 切 削 工 具   | 1    | TiN<br>(0.5)  | Al <sub>2</sub> O <sub>3</sub><br>(2) | TiN<br>(1)                            | -                                     | -            | 8分で剥離のため寿命                  |
|                   | 2    | TiN<br>(0.5)  | TiCN<br>(1)                           | TiN<br>(0.5)                          | Al <sub>2</sub> O <sub>3</sub><br>(2) | TiN<br>(0.5) | 6分で剥離のため寿命                  |
|                   | 3    | TiCN<br>(1)   | TiN<br>(1)                            | Al <sub>2</sub> O <sub>3</sub><br>(3) | TiN<br>(1)                            | -            | 8分で剥離のため寿命                  |
|                   | 4    | TiCN<br>(1)   | Al <sub>2</sub> O <sub>3</sub><br>(3) | TiN<br>(1)                            | -                                     | -            | 6分で剥離のため寿命                  |
|                   | 5    | TiCN<br>(1)   | Al <sub>2</sub> O <sub>3</sub><br>(3) | TiN<br>(1)                            | -                                     | -            | 6分で剥離のため寿命                  |

\* (表中、括弧内数字は平均層厚を示す)

【0018】 について、この結果得られた各種の被覆切削

工具について、  
被削材：FC30の丸棒、  
切削速度：300m/min、  
送り：0.32mm/rev、  
切込み：2mm、  
時間：10分

の条件で鉄の乾式連続高速切削試験を行ない、切刃の逃げ面摩耗幅を測定し、表4～6に示した。

【0019】

【発明の効果】 表1～6に示される結果から、本発明被覆切削工具1～22は、いずれも硬質被覆層に高い密着性が要求される鉄の高速切削でも硬質被覆層に剥離の

発生なく、すぐれた耐摩耗性を示すのに対して、従来被覆切削工具1～5は、硬質被覆層の基体に対する密着性が不十分なので、いずれも鉄の高速切削では硬質被覆層に剥離が発生し、これが原因で比較的短時間で使用寿命に至ることが明らかである。上述のように、この発明の表面被覆Si<sub>3</sub>N<sub>4</sub>基セラミックス製切削工具は、硬質被覆層のSi<sub>3</sub>N<sub>4</sub>基セラミックス基体表面に対する密着性にすぐれているので、通常の条件での切削は勿論のこと、硬質被覆層に高い密着性が要求される、例えば鉄の高速切削でも硬質被覆層に剥離が発生することなく、すぐれた切削性能を著しく長期に亘って発揮するのである。